



COPY OF PAPER
ORIGINALLY FILED

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月 8日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-374996

出 願 人

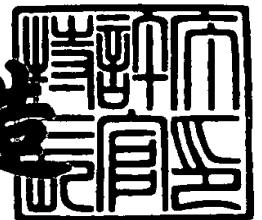
Applicant(s):

株式会社堀場製作所

2001年 8月31日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3078227

【書類名】 特許願

【整理番号】 163X107

【あて先】 特許庁長官殿

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院宮の東町 2 番地 株式会社堀場
製作所内

【氏名】 山口 哲司

【特許出願人】

【識別番号】 000155023

【氏名又は名称】 株式会社堀場製作所

【代理人】

【識別番号】 100074273

【弁理士】

【氏名又は名称】 藤本 英夫

【電話番号】 06-6352-5169

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 017798

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9706521

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粒径分布測定装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 液体が循環する流路中に、前記液体を循環させるためのポンプと、フローセルとが設けられており、また、前記フローセルに対してレーザ光を照射する照射部と、前記フローセル内に收容された液体中の粒子により散乱された照射部からの光を検出するための検出器とを有している粒径分布測定装置であって、前記フローセルに対して照射部からレーザ光を照射することによって行われる粒径分布の測定前に、前記フローセル内を流れる前記液体の流れを反転させるように構成してあることを特徴とする粒径分布測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、粒径分布測定装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

液体中に分散した粒子にレーザ光を照射し、粒子により散乱された光から粒径分布を求める従来の粒径分布測定装置として、前記液体が循環する流路中に、前記液体を循環させるためのポンプと、前記流路に前記液体を供給するための供給部と、前記流路中の液体を排出するための排出口と、前記液体中の粒子についての粒径分布を求めるための測定部とを備えており、前記測定部が、前記液体を流すことができるフローセルと、このフローセルに対してレーザ光を照射するための照射部と、前記フローセル中を流れる液体中の粒子により散乱された光を検出するための検出器とを有しているものがある。

【0003】

そして、上記従来の粒径分布測定装置では、前記フローセルの表面に付着した気泡が粒径分布の測定における誤差の原因となることから、前記測定を行う前に、前記流路内の液体の流速を通常の循環時よりも大きくすることによって、前記気泡をフローセル内から押し出す構成をとっていた。

【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記の構成からなる従来の粒径分布測定装置では、前記流路を形成している配管の径が比較的小さい場合、配管内の液体の流速が規制されてしまい、液体の流速を十分に大きくすることができなかったことから、フローセル内の気泡の除去が不十分となり、ひいては測定精度が低下することとなっていた。

【 0 0 0 5 】

本発明は上述の事柄に留意してなされたもので、その目的は、流路を形成する配管の径の大きさに拘わらず、測定精度を上昇させることができる粒径分布測定装置を提供することである。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明の粒径分布測定装置は、液体が循環する流路中に、前記液体を循環させるためのポンプと、フローセルとが設けられており、また、前記フローセルに対してレーザ光を照射する照射部と、前記フローセル内に收容された液体中の粒子により散乱された照射部からの光を検出するための検出器とを有している粒径分布測定装置であって、前記フローセルに対して照射部からレーザ光を照射することによって行われる粒径分布の測定前に、前記フローセル内を流れる前記液体の流れを反転させるように構成してある（請求項 1）。

【 0 0 0 7 】

上記の構成により、流路を形成する配管の径の大きさに拘わらず、フローセル内の気泡を除去して測定精度を上昇させることができる粒径分布測定装置を提供することが可能となる。

【 0 0 0 8 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施例を、図を参照しながら説明する。

図 1 および図 2 は、本発明の第一実施例に係る粒径分布測定装置 D の構成を概略的に示す斜視図および説明図である。

前記粒径分布測定装置Dは、サンプル粒子を含んだ液体（図示せず）が循環する流路1中に、前記液体を循環させるためのポンプ2と、前記流路1に前記液体を供給するための供給部3と、前記流路1中の液体を排出するための排出部4と、前記液体中のサンプル粒子についての粒径分布を求めるための測定部5と、前記流路1中の液体を希釈するための希釈液（例えば水）や流路1内を洗浄するために用いる洗浄液を流路1内へと注入するための注入部6とを備えている。

【0009】

また、前記粒径分布測定装置Dは、液体中に分散したサンプル粒子にレーザ光を照射し、前記サンプル粒子によって散乱された光の周波数強度分布から粒径分布を求める、いわゆる動的光散乱理論に基づいて構成された動的光散乱式粒径分布測定装置である。なお、本発明の粒径分布測定装置Dは、動的光散乱式粒径分布測定装置に限るものではない。

【0010】

前記サンプル粒子を含んだ液体としては、例えば、有機顔料、セラミックス、半導体ウエハやハードディスクの研磨剤およびインクジェットプリンタのインクなどを、それぞれ適宜の分散媒（水や、エタノールなどのアルコール類など）によって希釈したものが挙げられる。

【0011】

前記流路1には、前記供給部3，注入部6，ポンプ2，測定部5および排出部4がこの順に設けられている。なお、前記流路1における供給部3，注入部6，ポンプ2，測定部5および排出部4の配列は、上記のものに限られず、適宜に設定することができる。

【0012】

前記ポンプ2は、正回転状態、停止状態、逆回転状態の三つの状態をとるよう構成されている。そして、ポンプ2が正回転状態にあるときには、前記流路1内の液体の循環が、液体が供給部3，注入部6，ポンプ2，測定部5，排出部4をこの順に経たあと、再び前記供給部3へと向かって流れる正循環となり、ポンプ2が逆回転状態にあるときには、前記流路1内の液体の循環が、液体が供給部3，排出部4，測定部5，ポンプ2，注入部6を経て、再び前記供給部3へと向

かう逆循環となる。また、前記ポンプ 2 を停止状態とすることによって、前記流路 1 内の液体の循環を停止させることができる。

【 0 0 1 3 】

前記供給部 3 は、例えば、前記液体をその内部へ投入するための投入口（図示せず）を有する分散バスからなる。なお、前記供給部 3 の内部に収容した液体中のサンプル粒子を分散（攪拌）する分散手段が設けられていてもよく、このような分散手段は、例えば、供給部 3 内の液体中のサンプル粒子を超音波によって分散する超音波分散処理が可能な超音波バスを供給部 3 として採用することや、供給部 3 に対して適宜の衝撃を加えることができる装置を設けることなどによって備えることができる。

【 0 0 1 4 】

前記排出部 4 は、三方電磁弁 4 a と、この三方電磁弁 4 a を介して流路 1 に接続され、流路 1 内の液体を流路 1 外へと排出するための排出路 4 b とからなる。このような構成からなる排出部 4 では、前記三方電磁弁 4 a を切り換えることによって、流路 1 内を流れる液体を前記排出路 4 b から排出することができる。なお、前記排出部 4 の構成は上記のものに限られず、例えば、前記三方電磁弁 4 a に代えて、二つの二方電磁弁（図示せず）を用いてもよく、この場合には、一方の二方電磁弁を前記排出路 4 b に設け、他方の二方電磁弁を流路 1 中に設ければよい。

【 0 0 1 5 】

前記測定部 5 は、前記液体を流すことができるフローセル 5 a と、このフローセル 5 a に対してレーザ光を照射するための照射部（図示せず）と、前記フローセル 5 a 内に収容された液体中のサンプル粒子により散乱された光を検出するための検出器（図示せず）とを有している。

【 0 0 1 6 】

図 2 は、前記フローセル 5 a の構成を概略的に示す説明図である。

前記フローセル 5 a は、セル本体 7 と、このセル本体 7 の上部に着脱自在となるように設けられたセル蓋 8 とからなり、また、前記セル本体 7 内に温度計 9 が挿入可能となるように構成されている。なお、前記フローセル 5 a は、前記照射

部からのレーザ光が透過する材料（例えばガラスなど）からなる。

【 0 0 1 7 】

前記セル本体 7 は、セル本体 7 内への前記液体の出入口となる二つの口部 7 a、7 b をその上部に有しており、前記各口部 7 a、7 b からセル本体 7 内の底部へ向けて設けられた空間はセル本体 7 の底部付近において連通している。また、前記セル本体 7 は、前記二つの口部 7 a、7 b の間から下方に向けて突出した仕切り体 7 c を有している。この仕切り体 7 c は、その中央部から下端部へかけて細くなるように形成されており、前記仕切り体 7 c によって、セル本体 7 内には、縦断面がほぼ U 字形状またはほぼ V 字形状の流路・空間が形成されることになる。

【 0 0 1 8 】

前記セル蓋 8 は、前記二つの口部 7 a、7 b に連通する二つの連通路 8 a、8 b と、前記セル本体 7 内に挿入された状態の温度計 9 を保持するための差し込み孔 8 c とを有している。

【 0 0 1 9 】

前記温度計 9 は、前記セル本体 7 内の液体に浸漬した状態でその温度を測定するものであり、セル本体 7 に向けて照射されるレーザ光の光路を妨げない位置に配置される。

【 0 0 2 0 】

上記の構成からなるフローセル 5 a は、図示しないセルホルダによって保持された状態で流路 1 中にセットされる。そして、粒径分布の測定時には、前記照射部からのレーザ光がセル本体 7 の適宜の箇所 7 d に照射され、これによって生じたサンプル粒子からの散乱光を前記検出器が検出することによって粒径分布の測定が行われるのである。

【 0 0 2 1 】

前記注入部 6 は、三方電磁弁 6 a と、この三方電磁弁 6 a を介して流路 1 に接続され、前記洗浄液および前記希釈液を択一的に流路 1 内へと注入するための注入路 6 b とからなる。前記注入路 6 b の上流部には、三方電磁弁 6 c が設けられており、この三方電磁弁 6 c には、前記洗浄液を供給する洗浄液供給路 6 d と、

前記希釈液を供給する希釈液供給路 6 e とが接続されている。

【 0 0 2 2 】

上記のような構成からなる注入部 6 では、前記三方電磁弁 6 a, 6 c を適宜に切り換えることによって、流路 1 内に前記洗浄液および前記希釈液を択一的に注入することができる。なお、前記注入部 6 の構成は上記のものに限られず、例えば、前記三方電磁弁 6 a に代えて、二つの二方電磁弁（図示せず）を用いてもよく、この場合には、一方の二方電磁弁を前記注入路 6 b に設け、他方の二方電磁弁を流路 1 中に設ければよい。また、前記三方電磁弁 6 c に代えて、二つの二方電磁弁（図示せず）を用いてもよく、この場合には、一方の二方電磁弁を前記洗浄液供給路 6 d に設け、他方の二方電磁弁を前記希釈液供給路 6 e に設ければよい。

【 0 0 2 3 】

次に、上記の構成からなる粒径分布測定装置 D の動作について説明する。

前記粒径分布測定装置 D を用いて測定を行うには、まず、測定対象とする液体を前記供給部 3 から流路 1 内へ供給し、ポンプ 2 を正回転状態とすることによって前記液体を流路 1 内で正循環させる。なお、流路 1 内を循環する液体を希釈する必要があるときは、前記注入部 6 から希釈液を適宜の量だけ注入すればよい。

【 0 0 2 4 】

そして、所定時間、前記液体を正循環させたあと、ポンプ 2 を停止状態にし、続いて逆回転状態にする。これによって、前記液体は流路 1 内を逆循環することになる。こうして、液体の逆循環を所定時間だけ行わせたあと、前記ポンプ 2 を停止状態にすることによって、循環していた前記測定部 5 のフローセル 5 a 内の液体を停止させ、続いて前記測定部 5 において上述した方法で測定が行われる。

【 0 0 2 5 】

このとき、前記セル本体 7 の内壁に気泡が付着していると、この気泡がサンプル粒子と同様に前記照射部からのレーザ光を散乱させてしまうことから、測定の精度が低下することになるが、本発明の粒径分布測定装置 D では、上述したように、前記測定前に、前記フローセル 5 a 内を流れる前記液体の流れを反転させることによって、前記セル本体 7 内で前記液体が往復運動をし、前記セル本体 7 の

内壁に付着した気泡に揺さぶるような刺激が加わることにより、気泡が除去されるのである。そのため、前記照射部からレーザー光を照射すると、セル本体 7 の内壁に付着した気泡がそのレーザー光を散乱することなく、セル本体 7 の内壁表面に浮遊しているサンプル粒子から散乱した光だけが前記検出器で検出されることになる。

【 0 0 2 6 】

なお、気泡を除去する効果を高めるために、前記ポンプ 2 を正回転状態から停止状態にし、続いて逆回転状態にした後、停止状態とすることによって、流路 1 内で正循環している液体を逆循環に変える一連の反転操作を、一回だけでなく、数回～数十回繰り返すようにしてもよい。この場合、前記流路 1 内の液体も、正循環と逆循環とを相互に繰り返すこととなり、これによって、前記フローセル 5 a 内に強固に付着している気泡をも除去することが可能となる。

【 0 0 2 7 】

また、上記一連の反転操作において、前記ポンプ 2 を正回転状態、停止状態および逆回転状態としておく時間はそれぞれ、前記液体の粘度などの条件に応じて適宜に調整することも可能である。例えば、前記液体が水に比べて粘度が 2 0 倍近く高いエチレングリコールである場合には、前記流路 1 を形成する配管内における液体の流速が小さくなるのであるが、前記ポンプ 2 が正回転状態および逆回転状態となる時間を長く設定するようにして、流路 1 内における液体の正循環と逆循環とを確実に行わせるようにすれば、フローセル 5 a 内の気泡を除去するという効果を十分に得ることができる。

【 0 0 2 8 】

なお、前記ポンプ 2 を正回転状態から逆回転状態へと反転する前および逆回転状態から正回転状態へと反転する前にとるポンプ 2 の停止状態の時間は、できるだけ短くすることが望ましく、また、前記ポンプ 2 の、正回転状態と停止状態との切り換えおよび逆回転状態と停止状態との切り換えは、急激・瞬間的に行うことが望ましい。上記のように操作を行うことによって、前記フローセル 5 a 内の気泡に対する揺さぶりがより効果的なものとなり、気泡の除去効率が上昇することになる。

【0029】

そして、前記測定部5における所定の測定が終了し、流路1内にある液体が不要になった場合には、前記排出部4から流路1内の液体を排出すればよく、そのあと流路1内を洗浄する必要がある場合には、続いて、前記注入部6から洗浄液を流路1内へと注入し、ポンプ2によって洗浄液を流路1内で循環させ、最後に前記排出部4から使用済みの洗浄液を排出すればよい。

【0030】

なお、前記洗浄液を流路1内で循環させることによって行う洗浄時に、前記測定時の前に行った一連の反転操作を同様に行えば、洗浄効果を向上させることができる。

【0031】

上記の構成からなる粒径分布測定装置Dは、前記測定部5のフローセル5a内の気泡の除去を、従来の粒径分布測定装置のように、流路1内を流れる液体の流速を大きくするのではなく、流路1内を流れる液体の循環を反転させることによって行っていることから、前記流路1を形成する配管の径の大きさに制限を設けることなく、確実にフローセル5a内の気泡を除去することができ、ひいては測定精度を上昇させることができるのである。

【0032】

また、上記の構成からなる粒径分布測定装置Dでは、前記フローセル5a内の気泡の除去を確実に行え、測定時にフローセル5aの内壁に気泡が付着しているかどうかを確認する必要がないことから、上述したような流路1への液体の供給から測定を経て流路1内を洗浄するまでの工程およびこの工程の繰り返しを自動（無人）運転で行えるようにすることに非常に適している。

【0033】

【発明の効果】

以上説明したように、上記の構成からなる本発明によれば、流路を形成する配管の径の大きさに拘わらず、フローセル内の気泡を除去して測定精度を上昇させることができる粒径分布測定装置を提供することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の一実施例に係る粒径分布測定装置の構成を概略的に示す説明図である

【図 2】

上記実施例におけるフローセルの構成を概略的に示す説明図である。

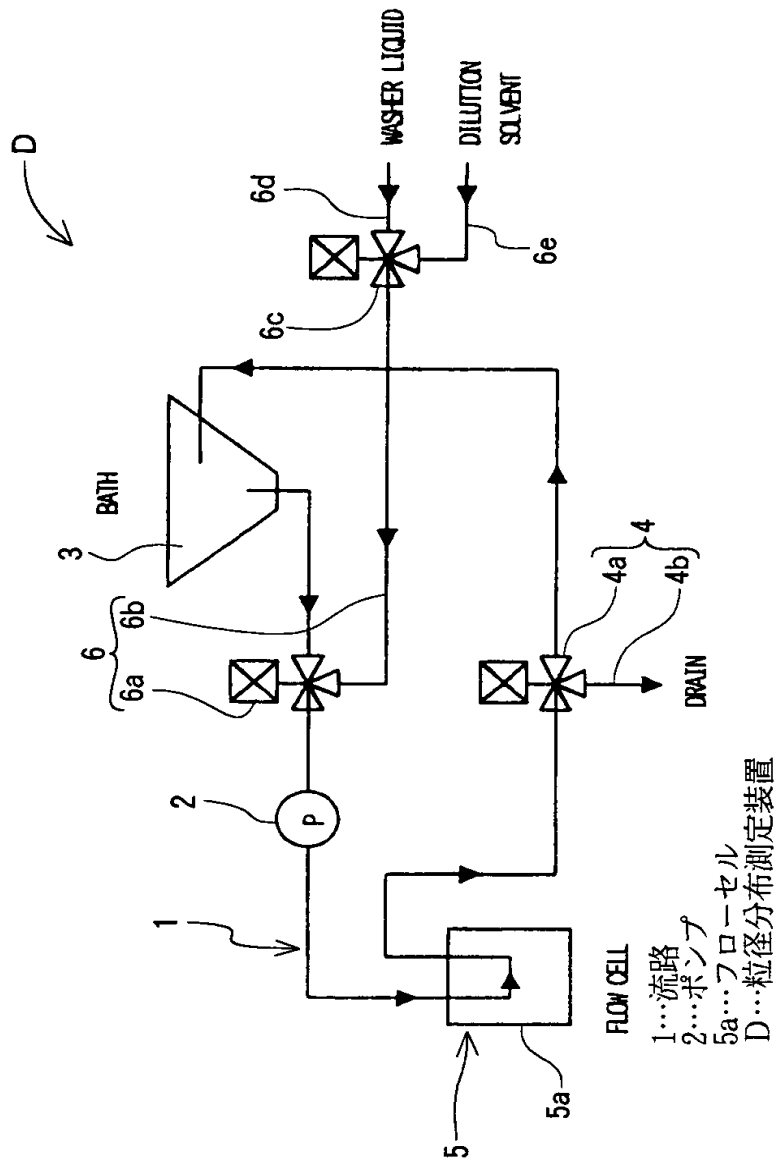
【符号の説明】

1 … 流路、 2 … ポンプ、 5 a … フローセル、 D … 粒径分布測定装置。

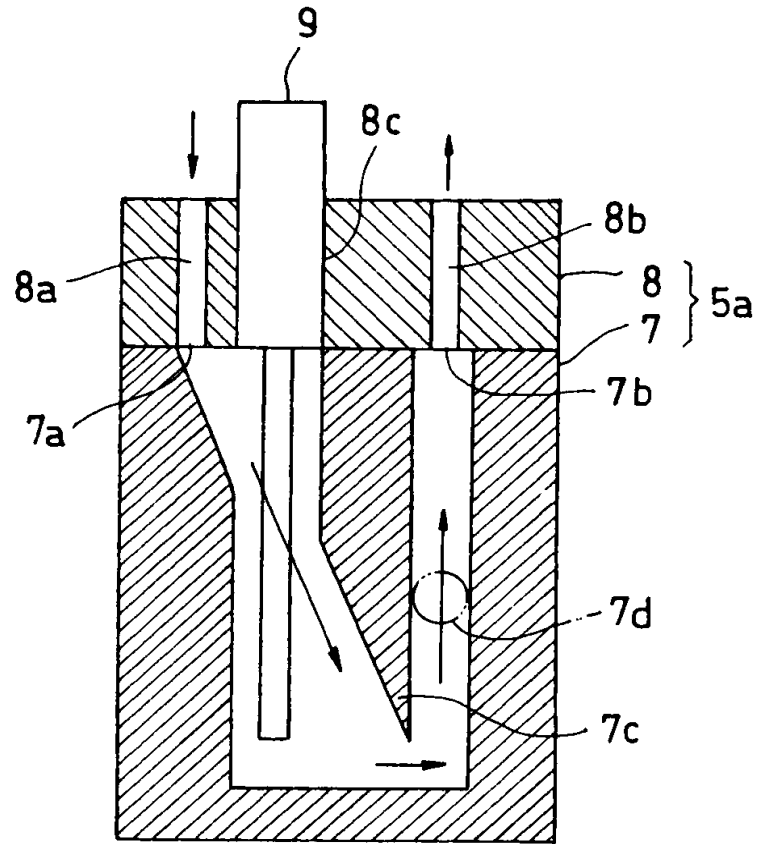
【書類名】

凶面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 流路を形成する配管の径の大きさに拘わらず、フローセル内の気泡を除去して測定精度を上昇させることができる粒径分布測定装置を提供する。

【解決手段】 液体が循環する流路 1 中に、前記液体を循環させるためのポンプ 2 と、フローセル 5 a とが設けられており、また、前記フローセル 5 a に対してレーザ光を照射する照射部と、前記フローセル 5 a 内に収容された液体中の粒子により散乱された照射部からの光を検出するための検出器とを有している粒径分布測定装置 D であって、前記フローセル 5 a に対して照射部からレーザ光を照射することによって行われる粒径分布の測定前に、前記フローセル 5 a 内を流れる前記液体の流れを反転させるように構成してある。

【選択図】 図 2

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 0 - 3 7 4 9 9 6
受付番号	5 0 0 0 1 5 8 8 7 4 7
書類名	特許願
担当官	第三担当上席 0 0 9 2
作成日	平成 1 2 年 1 2 月 1 1 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成12年12月 8日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 5 5 0 2 3]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 9 月 3 日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市南区吉祥院宮の東町 2 番地

氏 名 株式会社堀場製作所